

УДК 537.63:539.26

## ВРЕМЕННАЯ ЗАВИСИМОСТЬ ПАРАМЕТРОВ МАГНИТОПЛАСТИЧЕСКОГО ЭФФЕКТА В СОСТАРЕННОМ АЛЮМИНИЕВОМ СПЛАВЕ АК9 ПРИ НАЛОЖЕНИИ ПОСТОЯННОГО МАГНИТНОГО ПОЛЯ

Ю. В. Осинская, А. В. Покоев, С. Г. Магамедова

В данной работе представлены результаты комплексного экспериментального исследования влияния постоянного магнитного поля и времени старения на микроструктуру, микротвёрдость, параметры решётки, параметры тонкой структуры и фазовый состав состаренного алюминиевого сплава АК9. Установлено, что при наложении постоянного магнитного поля наблюдается положительный магнитопластический эффект, величина которого достигает 25 %. Обнаружена корреляция между графиками зависимости микротвёрдости и параметров тонкой структуры от времени старения. Наложение постоянного магнитного поля приводит к формированию более совершенной и однородной структуры сплава, что подтверждается увеличением интенсивности дифракционных линий и уменьшением их полуширины.

**Ключевые слова:** старение, микротвёрдость, фазовый состав, рентгенофазовый анализ.

Задачи модификации состава, структуры, свойств, технологии изготовления и методов обработки металлов и металлических сплавов остаются актуальными и практически важными в настоящее время [1, 2]. От их решения зависят надежность и долговечность производимых конструкций и механизмов, возможность экономии материальных, энергетических и трудовых ресурсов.

Несмотря на значительный прогресс в металловедении и металлургии, в частности в создании новых сплавов [3–7], превосходящих по свойствам сплавы системы Al-Si, силумины еще длительное время будут занимать лидирующие позиции в промышленности, что связано с их технологичностью при использовании почти всех видов литья [8]. Тем не менее, современные требования становятся все более высокими, поэтому и свойства современных металлов и сплавов должны им соответствовать.

Для улучшения свойств алюминиевых сплавов применяются различные методы термообработки. Одним из методов, которым

удается существенно упрочнить алюминиевые сплавы, является технология искусственного старения. При старении в пересыщенном твердом растворе возникают обогащенные растворенным компонентом кластеры (зоны Гинье-Престона) [9], которые тормозят движение дислокаций и тем самым во многом определяют физико-механические свойства материалов.

Известно [10, 11], что наложение постоянного магнитного поля (ПМП) на искусственное старение бериллиевой бронзы БрБ-2 приводит к значительному увеличению микротвёрдости сплава до ~30 % и изменению процессов фазообразования в нем. Таким образом, целесообразным является использование ПМП для улучшения физико-механических свойств алюминиевого сплава АК9, что позволит, в случае достижения их высоких значений, предложить усовершенствованную технологию обработки алюминиевых сплавов.

В связи с этим, целью данной работы является изучение влияния ПМП на физико-механические свойства и процесс фазообразования в алюминиевом сплаве АК9 при

---

© Осинская Ю. В., Покоев А. В., Магамедова С. Г., 2020.

Осинская Юлия Владимировна (ojv76@mail.ru), доцент;

Покоев Александр Владимирович (a.v.pokoev46@mail.ru), профессор;

Магамедова Селимат Габидуллаевна (shakhbanovasel@mail.ru),

аспирант кафедры физики твёрдого тела и неравновесных систем Самарского университета, 443086, Россия, г. Самара, Московское шоссе, 34.

старении методами микротвёрдости, металлографического и рентгеновского анализов.

### Методика эксперимента

Химический состав исследуемого сплава приведён в таблице 1. В таблице 2 представлены режимы термомагнитной обработки для алюминиевого сплава АК9. Отжиг образцов проводился в ПМП в вакуумной камере при давлении остаточных паров  $10^{-3}$  Па.

В работе использовали метод металлографического анализа и измерения микротвёрдости с компьютерной обработкой результатов измерений, а также метод рентгеновского анализа.

### Экспериментальные результаты и их обсуждение

Металлографический анализ проводился на образцах алюминиевого сплава АК9 в исходном состоянии (состояние поставки), после закалки от 535 °С (2 ч) в воду 20 °С и после отжига при температуре 175 °С длительностью от 2 до 8 ч в ПМП напряженностью 557,2 кА/м и в его отсутствие. В таблице 3 представлены результаты расчёта доли площади темных участков от общей площади металлографического шлифа, а на рисунке 1 представлены типичные фотографии, снятые с поверхности образцов.

Таблица 1

Состав алюминиевого сплава АК9

Элемент	Содержание в сплаве, вес. %
Al	85,1 – 91,6
Si	8 – 11
Cu	до 1,0
Fe	до 1,3
Примеси не более	
Mn	0,2 – 0,5
Zn	0,5
Mg	0,2 – 0,4
Ni	до 0,3
Всего примесей 1,5	

Таблица 2

Режимы термической и термомагнитной обработок алюминиевого сплава АК9

Температура закалки, °С	Время выдержки, ч	Температура старения, °С	Время старения, ч	Напряжённость ПМП, кА/м
535	2 (с охлаждением в воду 20 °С)	175	2–8	557,2

Таблица 3

Доля площади, приходящейся на тёмные участки, от общей площади металлографического шлифа, %

Время отжига t, ч	H=0 кА/м	H=557,2 кА/м
Исходное состояние	48	
Закалка 535°С→20 °С	51	
2	38	47
4	16	47
6	17	22
8	22	27

В исходном состоянии на поверхности металлографического шлифа наблюдаются светлые и тёмные участки, которые идентифицируются как фазы  $\alpha$ -твёрдого раствора на основе алюминия и чистого кремния. Согласно таблице 3 площадь, соответствующая темным участкам составляет 48 % от общей площади. Структурные составляющие ярко выражены и имеют различную ориентировку по отношению к поверхности шлифа.

После закалки сплава (рис. 1 А) структурные составляющие стали более округлой формы и равномерно распределились по поверхности шлифа. Площадь тёмных участков практически не изменилась и равна 51 %.

Старение сплава длительность от 2 до 8 ч (рис. 1 Б) приводит к существенным изменениям микроструктуры сплава, тёмные участки на поверхности шлифа приобретают вытянутую игольчатую форму, а их площадь значительно уменьшается по сравнению с закалённым состоянием и составляет от 16 до 38 % от общей площади.

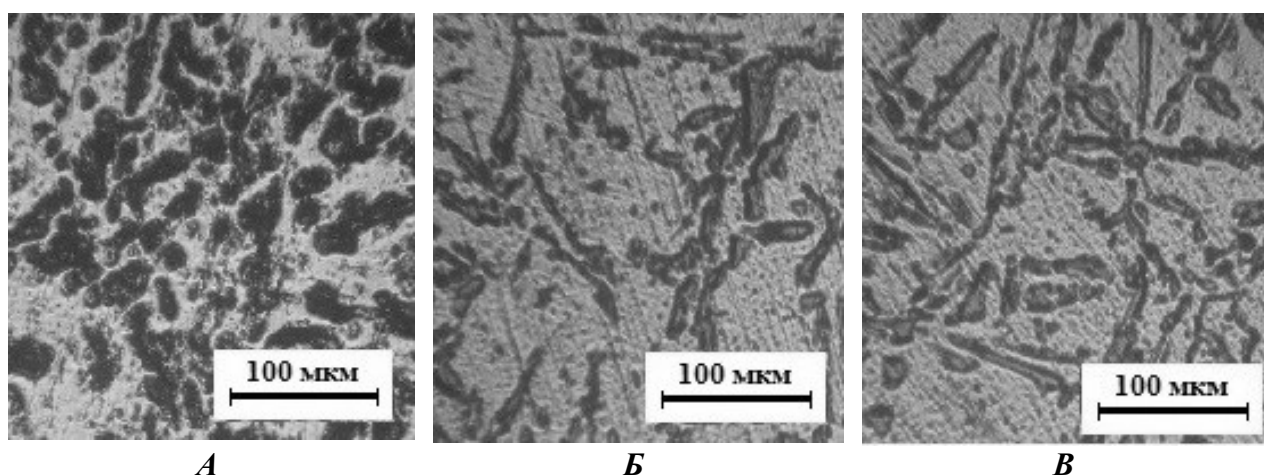
При наложении ПМП на старение сплава при 2 и 4 ч форма тёмных участков микроструктуры становится более округлой формы и занимает около 47 % поверхности шлифа, а при времени 6 и 8 ч (рис. 1 В) она возвращается к вытянутой игольчатой и занимают уже от 22 до 27 %. Таким образом,

наложение ПМП на старение сплава приводит к увеличению площади тёмных структурных составляющих (чистого кремния) от 1,2 до 3 раз.

Микротвёрдость измеряли с помощью микротвердомера HAUSER при нагрузке 100 г и времени нагружения 7 с. Каждое значение микротвёрдости получали усреднением по 30 измерениям; относительная среднеквадратичная ошибка отдельного измерения составляла ~4 %. Результаты измерений влияния ПМП на микротвёрдость алюминиевого сплава АК9 представлены в таблице 4, а также наглядно изображены на рисунке 2.

Из рисунка 2 видно, что в закалённом состоянии среднее значение микротвёрдости составляет 610 МПа. После закалки значение микротвёрдости увеличилось и достигло своего значения 790 МПа. Полученное значение микротвёрдости согласуется с литературными данными [8], что свидетельствует о достоверности результатов настоящей работы.

Старение при температуре 175 °С и времени от 2 до 8 ч приводит к увеличению микротвёрдости исследуемого сплава. Это объясняется тем, что при старении металлического сплава выделяются фазы (в частности,  $Mg_2Si$ ), которые тормозят движение дислокаций и тем самым приводят к возрастанию прочностных свойств сплава [9].



**Рис. 1. Поверхность алюминиевого сплава АК9:**

**А** – после закалки при 535 °С (2 ч)

**Б** – после последующим охлаждением в воде при температуре 20 °С;

**В** – после отжига 8 ч в ПМП (0 кА/м); **В** – после отжига 8 ч в ПМП (557,2 кА/м)

Таблица 4

Результаты измерения микротвёрдости алюминиевого сплава АК9 в исходном состоянии, после термической и термомагнитной обработок

Время отжига $t$ , ч	Напряженность $H$ , кА/м	$H_{\mu} \pm \Delta H_{\mu}$ , МПа	$(H_{\mu, \text{отож.}} - H_{\mu, \text{закл.}}) / H_{\mu, \text{закл.}}$ , %	$(H_{\mu, H \neq 0} - H_{\mu, H=0}) / H_{\mu, H=0}$ , %
Исходное состояние	—	$610 \pm 10$	—	—
Закалка $535^{\circ}\text{C} \rightarrow 20^{\circ}\text{C}$	—	$790 \pm 20$	—	—
2	0	$1080 \pm 40$	35	-13
	557,2	$940 \pm 20$	18	
4	0	$1180 \pm 40$	47	-25
	557,2	$880 \pm 20$	10	
6	0	$950 \pm 10$	18	-7
	557,2	$880 \pm 30$	1	
8	0	$920 \pm 60$	15	-12
	557,2	$810 \pm 30$	1	

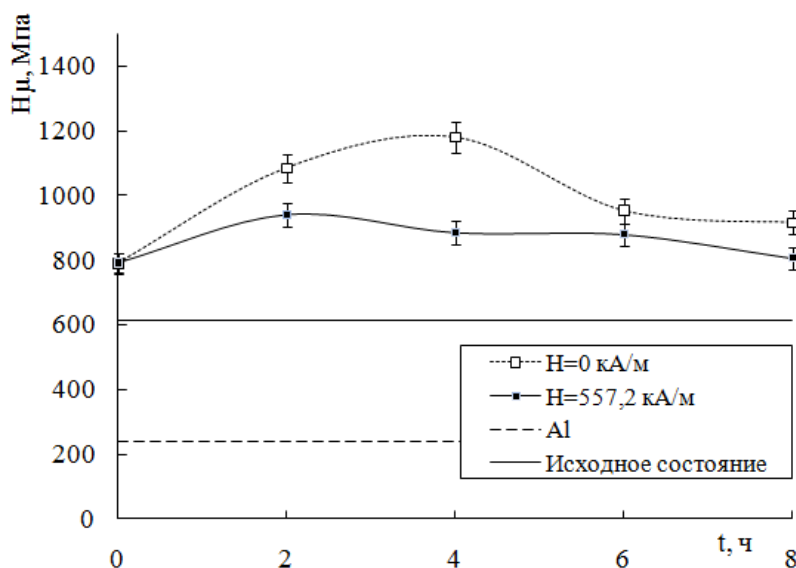


Рис. 2. Зависимость микротвёрдости алюминиевого сплава АК9 от времени старения

Наложение ПМП напряжённостью 557,2 кА/м на старение исследуемого сплава всегда приводит к уменьшению микротвёрдости до 25 %, при этом пластические свойства сплава возрастают. Наблюдается так называемый положительный магнитоэластический эффект [12–14]. Минимальное значение микротвёрдости сплава достигается при времени старения 8 ч и составляет 810 МПа.

Уменьшение микротвёрдости можно связать с тем, что при наложении ПМП структура сплава испытывает значительные изменения и становится более совершенной, однородной и менее искажённой, как показали результаты

рентгенофазового анализа, приведённые ниже. Вследствие этого, движущие дислокации встречают на своём пути меньшее количество препятствий (фазы, границ зерен и т.д.), и сплав становится более пластичным.

Рентгеновский анализ проводили в  $\text{CoK}_{\alpha}$ -излучении на дифрактометре ДРОН-2, оснащённом аппаратно-программным комплексом управления, регистрации и обработки результатов измерений. Режимы рентгеносъёмки: анодный ток – 20 мА; напряжение на рентгеновской трубке – 30 кВ; скорость движения счётчика – 0,2 и 0,4 °/мин; щели: 1 – 4 – 0,5.

Большую информацию о структуре исследуемого материала несут сведения о параметре решётки. В связи с этим, в данной работе проведён рентгенографический анализ (РГА) образцов, отожжённых в ПМП и без него. В таблице 5 приведены типичные результаты РГА (брегговские углы, индексы отражающих плоскостей, параметры решётки) образцов, прошедших термическую и термомагнитную обработку, а на рисунке 3 представлена временная зависимость параметра решётки при температуре отжига 175 °С и времени отжига от 2 до 8 ч, построенная по результатам расчёта по линии (311).

Среднеквадратичная ошибка отдельного измерения параметра решётки составляет 0,001 Å, относительная ошибка отдельного измерения параметра решетки – 0,04 %. Из

рисунка 3 видно, что после закалки от 535 °С (2 ч) с последующим охлаждением в воде при температуре 20 °С, параметр решётки сплава больше параметра решётки чистого алюминия и составляет 4,049 Å, это связано с наличием в твёрдом растворе алюминия атомов кремния, которые являются примесью внедрения. Атомы кремния располагаются в междоузлиях кристаллической решётки алюминия, что приводит к увеличению параметра решётки сплава. В процессе старения сплава происходит перераспределение атомов кремния между  $\alpha$ -твёрдым раствором на основе алюминия и фазой чистого кремния, в результате чего параметр решётки сплава увеличивается при всех исследованных временах старения, что наглядно видно на рис. 3.

Таблица 5

## Результаты измерений параметров решетки алюминиевого сплава АК9

Исходное состояние				Закалка 535 (2 ч)→20°C			
2 $\theta$ , град	$\theta$ , град	НКЛ	a, Å	2 $\theta$ , град	$\theta$ , град	НКЛ	a, Å
44,94	22,47	111	4,048	44,98	22,49	111	4,053
52,36	26,18	200	4,056	52,45	26,23	200	4,051
77,24	38,62	220	4,053	77,30	38,65	220	4,054
91,73	45,86	311	4,137	94,14	47,07	311	4,055
Старение, 8 ч, 4 ч, 0 кА/м				Старение, 557,2 кА/м			
2 $\theta$ , град	$\theta$ , град	НКЛ	a, Å	2 $\theta$ , град	$\theta$ , град	НКЛ	a, Å
45,05	22,52	111	4,048	45,07	23,31	111	4,045
52,44	26,22	200	4,052	52,53	26,03	200	4,045
77,34	38,67	220	4,052	77,39	38,51	220	4,049
94,12	47,33	311	4,056	94,14	47,03	311	4,055

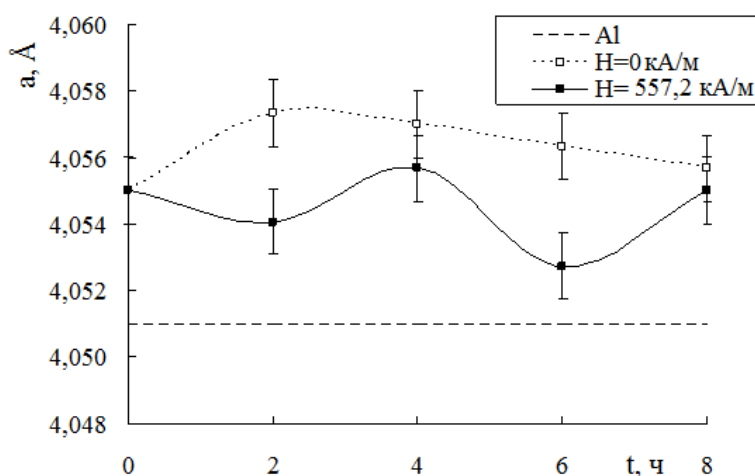


Рис. 3. Зависимость параметра решётки алюминиевого сплава АК9 от напряженности ПМП

Наложение ПМП на те же режимы термической обработки приводит практически всегда, в пределах ошибки измерения, к уменьшению параметра решётки по сравнению с закалённым состоянием. Это связано с тем, что примесь кремния уходит из  $\alpha$ -твёрдого раствора на основе алюминия в фазы чистого кремния, что приводит к уменьшению параметра решётки. Кроме этого, из рисунка 3 видно, что значения параметров решётки сплава, состаренного в ПМП, лежат ниже значений параметров решётки сплава, состаренного в отсутствие поля, что коррелирует с временной зависимостью микротвёрдости (рис. 2).

Далее методом аппроксимации было рассчитаны параметры тонкой структуры, а именно средний размер блоков когерентного рассеяния, плотность дислокаций и величина относительной микродеформации (табл. 6). Установлено, что временные зависимости параметров тонкой структуры коррелируют с временными зависимостями микротвёрдости: максимальному значению микротвёрдости сплава, состаренного без поля, соответствует минимальное значение средних размеров блоков когерентного рассеяния и максимальное значение плотности дислокаций и величины относительной микродеформации. Также установлено, что ПМП не изменяет поведение графиков параметров тонкой структуры, т.е. не изменяет стадийности процесса старения. Кроме этого обнаружено, что значения средних размеров блоков когерентного рассеяния при наложении ПМП всегда больше, чем в его отсутствие, а величина относительной микродеформации и плотность дислокаций при наложении поля меньше, чем значения, полученные без него. Это свидетельствует о том, что структура сплава при наложении ПМП становится более однородной и совершенной. Стоит отметить, что

наложение ПМП на процесс старения сплава при 4 ч приводит к уменьшению средних размеров блоков когерентного рассеяния до наноразмеров (табл. 6), данный факт имеет большое научное и практическое значение для получения наноматериалов с заданными свойствами.

В результате проведённого рентгенофазового анализа, получены дифрактограммы исследуемых образцов (рис. 4–6), а также данные об интенсивности линий, межплоскостных расстояниях, полуширине линий каждого образца. По полученным данным были идентифицированы фазы, выделившиеся в процессе старения в ПМП и без него.

На дифрактограммах исходного и закалённого образцов (рис. 4) наблюдаются линии  $\alpha$ -твёрдого раствора на основе алюминия, которые смещены в сторону меньших углов относительно линий чистого алюминия.

Данное смещение линий обусловлено наличием в твёрдом растворе алюминия атомов кремния, которые являются примесью внедрения. Атомы кремния располагаются в междоузлиях кристаллической решетки алюминия, что приводит к увеличению параметра решётки сплава и, как следствие, к смещению линий на дифрактограммах. Также обнаруживаются линии, соответствующие фазе  $Mg_2Si$  и чистому кремнию. Кроме этого, интенсивность всех линий уменьшается, а их полуширина увеличивается по сравнению с линиями чистого алюминия, что свидетельствует об искажённости кристаллической решётки сплава в связи с наличием примесей.

Отжиг от 2 до 8 ч без наложения поля (рис. 5) приводит к уменьшению интенсивности всех наблюдаемых линий до 2 раз и их уширению по сравнению с линиями закалённого образца.

Таблица 6

**Временная зависимость параметров тонкой структуры алюминиевого сплава АК9 при температуре старения 175 °С**

Время от- жига, ч	$B^{311}$ , град		D, нм		$\Delta d/d, 10^{-4}$		$\rho, 10^9 \text{ 1/см}^2$	
	H=0 кА/м	H=557,2 кА/м	H=0 кА/м	H=557,2 кА/м	H=0 кА/м	H=557,2 кА/м	H=0 кА/м	H=557,2 кА/м
2	0,25	0,06	110	408	5,2	1,4	24,6	1,80
4	0,38	0,37	74	75	7,8	7,6	54,5	52,4
6	0,26	0,24	107	114	5,4	5,0	26,2	23,0
8	0,15	0,06	178	444	3,2	1,3	9,47	1,52

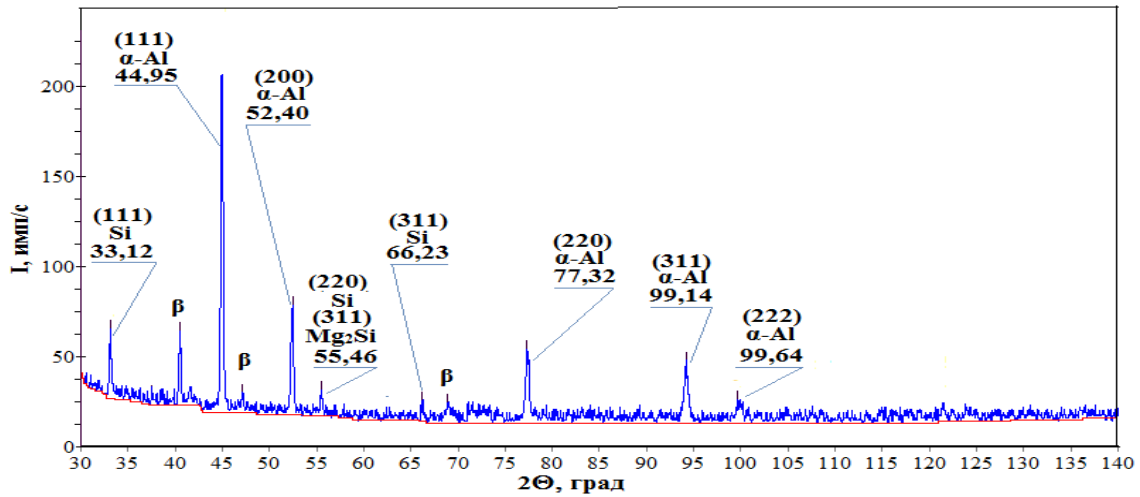


Рис. 4. Дифрактограмма, снятая с закалённого образца алюминиевого сплава АК9

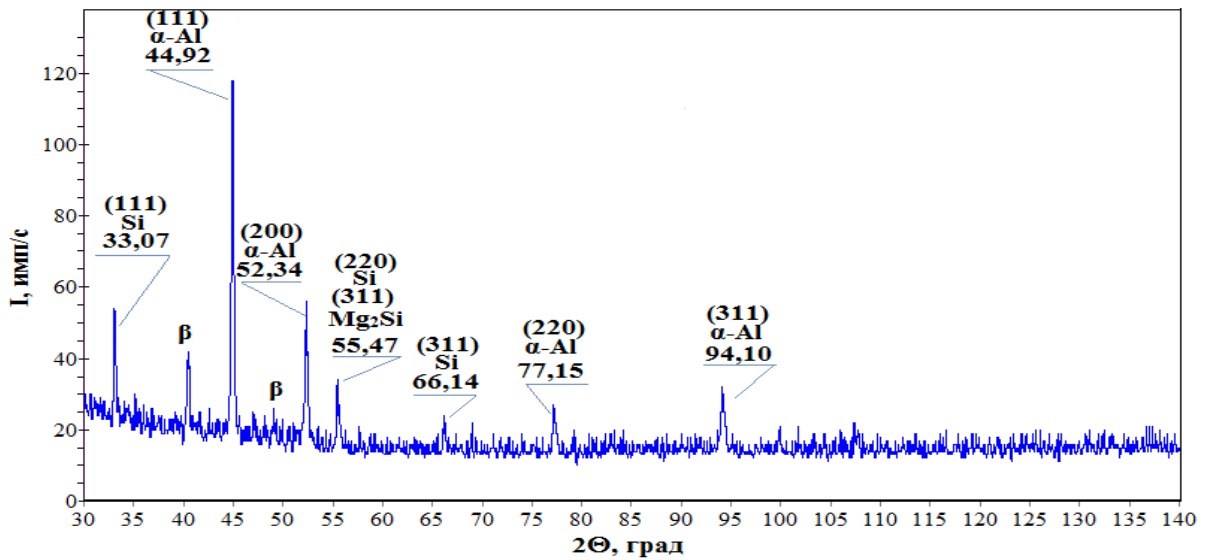


Рис. 5. Дифрактограмма, снятая с отожжённого образца АК9 (H=0 кЭ, t=6 ч, T=175 °C)

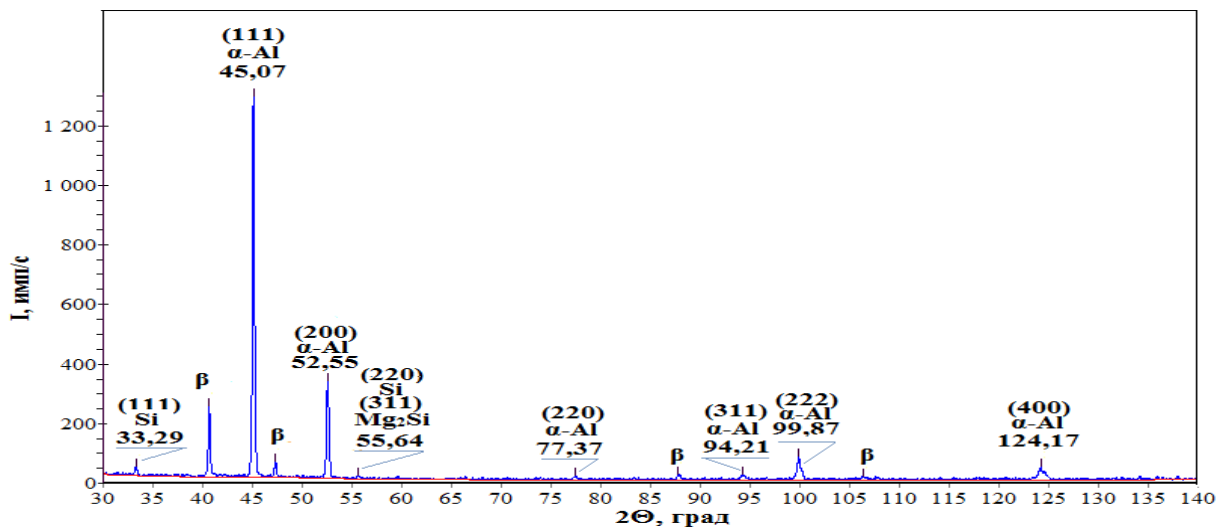


Рис. 6. Дифрактограмма, снятая с отожжённого образца АК9 (H=7 кЭ, t=6 ч, T=175 °C)

Данный факт указывает о большей искажённости кристаллической решётки, связанной с процессами старения и перестройки структуры. Кроме этого, во всем интервале времён старения наблюдается наличие фазы  $Mg_2Si$  и чистого кремния. Также во всем исследованном временном интервале наблюдается смещение линий  $\alpha$ -твёрдого раствора на основе алюминия в сторону меньших углов, что связано с увеличением параметра решётки сплава.

Наложение ПМП напряжённостью 557,2 кА/м на те же режимы термической обработки (рис. 6) приводит к увеличению интенсивности до 10 раз всех наблюдаемых линий и уменьшению их полуширины, что свидетельствует о формировании более совершенной и однородной структуры сплава. Кроме этого, по-прежнему наблюдаются линии, соответствующие фазе  $Mg_2Si$  и чистому кремнию.

Результаты работы могут быть учтены при создании новых и развития существующих технологий термомагнитной обработки алюминиевых сплавов и прогнозирования его физико-механических свойств.

### Заключение

Методами микротвёрдости, металлографического и рентгеновского анализов выполнено экспериментальное исследование влияния ПМП напряжённостью 557,2 кА/м на микроструктуру, микротвёрдость, параметры решётки, параметры тонкой структуры и кинетику фазообразования в алюминиевом сплаве АК9, состаренном во временном интервале от 2 до 8 ч при температуре отжига 175 °С.

Методом металлографии установлено, что наложение ПМП на старение сплава приводит к увеличению площади тёмных участков, соответствующих чистому кремнию, до трёх раз.

Наблюдается положительный магнитоэластический эффект, приводящий к уменьшению микротвёрдости до 25 %, при этом пластические свойства сплава возрастают.

Установлена корреляция между временными зависимостями микротвёрдости, параметрами решётки и параметрами тонкой структуры: при наложении ПМП значения микротвёрдости, параметров решётки, плотности дислокаций и относительной величины

микродоформации меньше, чем без поля, а средний размер блоков когерентного рассеяния больше.

Наложение ПМП на процесс старения сплава при 4 ч приводит к уменьшению средних размеров блоков когерентного рассеяния до наноразмеров, данный факт имеет большое научное и практическое значение для получения наноматериалов с заданными свойствами.

Обнаружено, что наложение ПМП на старение алюминиевого сплава АК9 приводит к увеличению интенсивности до 10 раз всех наблюдаемых линий ( $\alpha$ -твёрдого раствора на основе алюминия, фазы  $Mg_2Si$  и чистого кремния) и уменьшению их полуширины, что свидетельствует о формировании более совершенной и однородной структуры сплава.

### Литература

1. Каблов Е. Н. Инновационные разработки ФГУП «ВИАМ» ГНЦ РФ по реализации «Стратегических направлений развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года» // Авиационные материалы и технологии. 2015. № 1 (34). С. 3–33.
2. Антипов В. В. Стратегия развития титановых, магниевых, бериллиевых и алюминиевых сплавов // Авиационные материалы и технологии. 2012. № S. С. 157–167.
3. Каблов Е. Н., Антипов В. В., Клочкова Ю. Ю. Алюминий-литиевые сплавы нового поколения и слоистые алюмокомпозиты на их основе // Цветные металлы. 2016. № 8. С. 86 – 91.
4. Каблов Е. Н., Оспенникова О. Г., Вершков А. В. Редкие металлы и редкоземельные элементы – материалы современных и будущих высоких технологий // Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн. 2013. № 2. С. 3–10
5. Климов В. Н., Козлов Д. М. Современные авиационные конструкционные сплавы. Самара: Изд-во Самарского университета, 2017. 40 с.
6. Антипов В. В., Клочкова Ю. Ю., Романенко В. А. Современные алюминиевые и алюминий-литиевые сплавы // Авиационные материалы и технологии. 2017. С. 195–211.
7. Изменение структуры сплава АК9ч., полученного селективным лазерным



спеканием, в процессе термической обработки / Д. К. Рябов, Д. В. Зайцев, Н. В. Дынин [и др.]. // Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн. 2016. № 9 (45). С. 20–29.

8. Белов Н. А., Савченко С. В., Хван А. В. Фазовый состав и структура силицидов: Справочное издание. М.: МИСИС, 2008. 283 с.

9. Бунин К. П., Баранов А. А. Металлография. М.: Металлургия, 1970. 254 с.

10. Осинская Ю. В., Покоев А. В. Упрочнение бериллиевой бронзы при старении в постоянном магнитном поле // Физика и химия обработки материалов. 2003. № 3. С. 12–17.

11. Osinskaya J. V., Pokoev A. V., Perov N. S. The Magneto-Plastic Effect at Beryllium Bronze after Aging in the Constant Magnetic Field // Defect and Diffusion Forum. 2006. Vol. 249. P. 111–114.

12. Альшиц В. И., Даринская Е.В., Колдаева М.В. и др. Магнитопластический эффект: основные свойства и физические механизмы // Кристаллография. 2003. Т. 48. С. 838–867.

13. Головин Ю. И. Магнитопластичность твёрдых тел // Физика твердого тела. 2004. Т. 46. Вып. 5. С. 769–803.

14. Моргунов Р. Б. Спиновая микромеханика в физике пластичности // Успехи физических наук. 2004. Т. 174. № 2. С. 131–153.

## TIME DEPENDENCE OF PARAMETERS OF THE MAGNETOPLASTIC EFFECT IN AGED ALUMINIUM ALLOY AK9 UNDER A CONSTANT MAGNETIC FIELD

Ju. V. Osinskaya, A. V. Pokoev, S. G. Magamedova

This paper presents the results of the complex experimental study of the effect of the constant magnetic field and aging time on the microstructure, microhardness, lattice parameters, fine structure parameters and phase composition of aged AK9 aluminum alloy. It has been established that when the constant magnetic field is applied, a positive magnetoplastic effect is observed, the value of which reaches 25 %. The correlation was found between the plots of microhardness and fine structure parameters versus aging time. The application of the constant magnetic field leads to the formation of a more perfect and uniform structure of the alloy, as evidenced by an increase in the intensity of diffraction lines and a decrease in their half-width.

**Key words:** aging, microhardness, phase composition, X-ray phase analysis.

*Статья поступила в редакцию 08.07.2020 г.*

---

© Osinskaya Ju. V., Pokoev A. V., Magamedova S. G., 2020.

Osinskaya Julia Vladimirovna (ojv76@mail.ru), associate professor;

Pokoev Alexander Vladimirovich (a.v.pokoev46@mail.ru), professor;

Magamedova Selimat Gabibullaevna (shakhbanovasel@mail.ru),

postgraduate student of the Solid State Physics and Nonequilibrium Systems Department of the Samara University, 443086, Russia, Samara, Moskovskoye Shosse, 34.